

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number :

2000-122725

(43) Date of publication of application : 28.04.2000

(51) Int.CI.

G05D 7/06  
B01J 7/00  
C23C 16/455  
H01L 21/31

(21) Application number : 10-296984

(71) Applicant : CKD CORP  
TOSHIBA CORP

(22) Date of filing : 19.10.1998

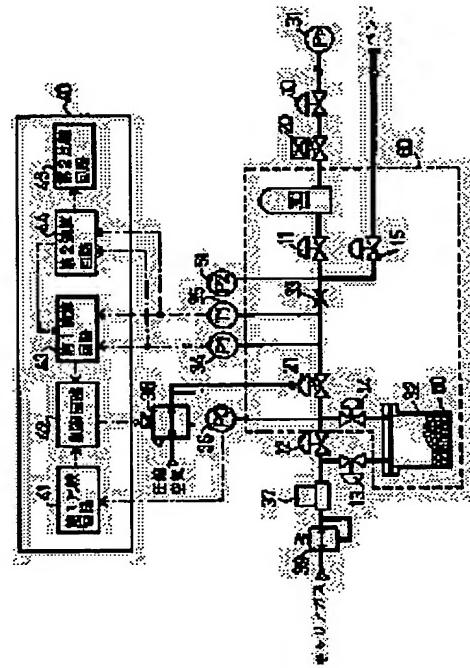
(72) Inventor : SUDO YOSHIHISA  
ITO MINORU  
OKUMURA KATSUYA  
EGUCHI KAZUHIRO

## (54) GAS SUPPLY CONTROLLER

### (57) Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To control the feeding volume of a material gas sublimated from a solid state source, to compensate a change in the effective cross-sectional area of a stop part at the time of controlling the feeding volume of the material gas and to control the feeding volume of the material gas passing the stop part at a subsonic flow.

**SOLUTION:** A material gas sublimated from a solid state source 50 by a cylinder is supplied to a CVD device 30 through an orifice 33. The flow rate of the material gas passing the orifice 33 at a sonic velocity flow is calculated based on the upstream pressure P1 of the orifice 33 which is detected by an upstream pressure sensor 34 and the upstream temperature T1 of the orifice 33 which is detected by an upstream temperature sensor 35 and the flow rate of the material gas passing the orifice 33 at the sonic velocity flow is held at a set point by controlling the upstream pressure P1 by an upstream pressure control valve 21.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

19.11.2002

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2000-122725

(P2000-122725A)

(43)公開日 平成12年4月28日(2000.4.28)

(51)Int.Cl.  
G 0 5 D 7/06  
B 0 1 J 7/00  
C 2 3 C 16/455  
H 0 1 L 21/31

識別記号

F I  
G 0 5 D 7/06  
B 0 1 J 7/00  
C 2 3 C 16/44  
H 0 1 L 21/31

マークト(参考)  
Z 4 G 0 6 8  
Z 4 K 0 3 0  
D 5 F 0 4 5  
F 5 H 3 0 7

審査請求 未請求 請求項の数14 O L (全 13 頁)

(21)出願番号 特願平10-296984

(22)出願日 平成10年10月19日(1998.10.19)

(71)出願人 000106760  
シーケーディ株式会社  
愛知県小牧市応時二丁目250番地  
(71)出願人 000003078  
株式会社東芝  
神奈川県川崎市幸区堀川町72番地  
(72)発明者 須藤 良久  
東京都千代田区内神田3丁目6番3号 シ  
ーケーディ株式会社シーケーディ第二ビル  
内  
(74)代理人 100097009  
弁理士 喬澤 孝 (外2名)

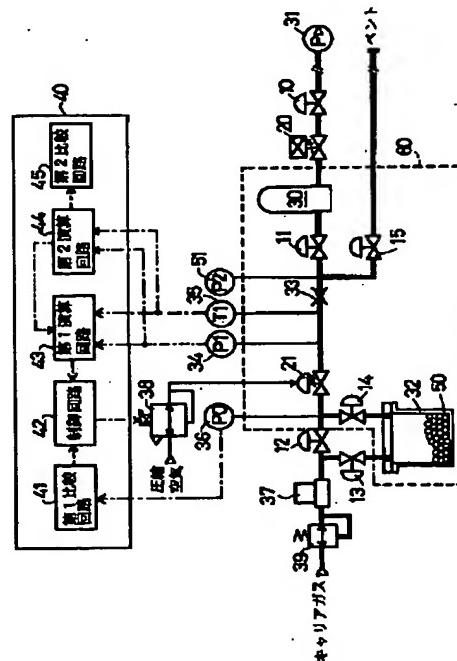
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 ガス供給制御装置

(57)【要約】

【課題】 固体ソースから昇華させた材料ガスの供給量を制御することができるガス供給制御装置を提供すること。また、材料ガスの供給量を制御する際ににおいて、絞り部の有効断面積の変化を補うことができるガス供給制御装置を提供すること。また、絞り部を亜音速流で通過する材料ガスの供給量を制御することができるガス供給制御装置を提供すること。

【解決手段】 シリンダ32で固体ソース50から昇華させた材料ガスを、オリフィス33を介して、CVD装置30に供給する。そして、上流圧力センサ34で検出されるオリフィス33の上流圧力P1と、上流温度センサ35で検出されるオリフィス33の上流温度T1に基づいて、オリフィス33を音速流で通過する材料ガスの流量Qを算出し、また、オリフィス33の上流圧力P1を上流圧力制御バルブ21で調節することにより、オリフィス33を音速流で通過する材料ガスの流量Qを設定値に保つ。



1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 材料ガスが音速流で一定量連続して通過する絞り部と、前記絞り部の上流圧力を調節する上流圧力制御バルブと、前記絞り部の上流圧力を検出する上流圧力センサと、前記絞り部の上流温度を検出する上流温度センサとを有し、前記材料ガスの供給時における前記上流圧力センサと前記上流温度センサの各々の検出結果に基づいて、前記絞り部を通過する前記材料ガスの流量を算出する一方、前記絞り部の上流圧力を前記上流圧力制御バルブで調節して、前記絞り部を通過する前記材料ガスの流量を設定値に保つことにより、前記材料ガスの供給量を制御するガス供給制御装置において、前記材料ガスは、固体ソースを昇華させたことにより発生したものであることを特徴とするガス供給制御装置。

【請求項2】 材料ガスが音速流で一定量連続して通過する絞り部と、前記絞り部の上流圧力を調節する上流圧力制御バルブと、前記絞り部の上流圧力を検出する上流圧力センサと、前記絞り部の上流温度を検出する上流温度センサとを有し、前記材料ガスの供給時における前記上流圧力センサと前記上流温度センサの各々の検出結果に基づいて、前記絞り部を通過する前記材料ガスの流量を算出する一方、前記絞り部の上流圧力を前記上流圧力制御バルブで調節して、前記絞り部を通過する前記材料ガスの流量を設定値に保つことにより、前記材料ガスの供給量を制御するガス供給制御装置において、前記上流圧力制御バルブの全閉時における前記上流圧力センサと前記上流温度センサの各々の検出結果に基づいて算出された前記絞り部の有効断面積を使用することによって、前記絞り部を通過する前記材料ガスの流量を算出することを特徴とするガス供給制御装置。

【請求項3】 請求項2に記載するガス供給制御装置において、前記材料ガスは、固体ソースを昇華させたことにより発生したものであることを特徴とするガス供給制御装置。

【請求項4】 請求項1又は請求項3に記載するガス供給制御装置において、前記上流圧力制御バルブは圧縮空気で駆動するものであるとともに、前記上流圧力センサはピラニ真空計であることを特徴とするガス供給制御装置。

【請求項5】 請求項1乃至請求項4のいずれか一つに記載するガス供給制御装置において、前記絞り部がノズルであることを特徴とするガス供給制御装置。

【請求項6】 請求項5に記載するガス供給制御装置において、前記ノズルのスロート部の下流に拡大管が組み付けられていることを特徴とするガス供給制御装置。

【請求項7】 請求項1乃至請求項4のいずれか一つに記載するガス供給制御装置において、前記絞り部がオリフィスであることを特徴とするガス供給制御装置。

2

【請求項8】 材料ガスの供給量を制御するガス供給制御装置において、前記材料ガスが亜音速流で一定量連続して通過する絞り部と、前記絞り部の上流圧力を調節する上流圧力制御バルブと、前記絞り部の下流圧力を調節する下流圧力制御バルブと、前記絞り部の上流圧力を検出する上流圧力センサと、前記絞り部の下流圧力を検出する下流圧力センサと、前記絞り部の上流温度を検出する上流温度センサとを備え、前記材料ガスの供給時における前記上流圧力センサと前記下流圧力センサと前記上流温度センサの各々の検出結果に基づいて、前記絞り部を通過する前記材料ガスの流量を算出する一方、前記絞り部の上流圧力を前記上流圧力制御バルブで調節するとともに前記絞り部の下流圧力を前記下流圧力制御バルブで調節することによって、前記絞り部を通過する前記材料ガスの流量を設定値に保つことにより、前記材料ガスの供給量を制御することを特徴とするガス供給制御装置。

【請求項9】 請求項8に記載するガス供給制御装置において、前記上流圧力制御バルブの全閉時における前記上流圧力センサと前記上流温度センサの各々の検出結果に基づいて算出された前記絞り部の有効断面積を使用することによって、前記絞り部を通過する前記材料ガスの流量を算出することを特徴とするガス供給制御装置。

【請求項10】 請求項8又は請求項9に記載するガス供給制御装置において、前記材料ガスは、固体ソースを昇華させたことにより発生したものであることを特徴とするガス供給制御装置。

【請求項11】 請求項10に記載するガス供給制御装置において、前記上流圧力制御バルブは圧縮空気で駆動されるものであるとともに、前記上流圧力センサはピラニ真空計であることを特徴とするガス供給制御装置。

【請求項12】 請求項8乃至請求項11のいずれか一つに記載するガス供給制御装置において、前記絞り部がノズルであることを特徴とするガス供給制御装置。

【請求項13】 請求項8乃至請求項11のいずれか一つに記載するガス供給制御装置において、前記絞り部がオリフィスであることを特徴とするガス供給制御装置。

【請求項14】 請求項1乃至請求項13のいずれか一つに記載するガス供給制御装置において、前記材料ガスは、CVD装置に供給されることを特徴とするガス供給制御装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

50 【発明の属する技術分野】本発明は、絞り部の圧力流量

特性を利用したガス供給制御装置に関する。

【0002】

【従来の技術】従来、半導体製造装置において、例えば、ウェーハ表面に薄膜を形成させるCVD装置では、薄膜材料を構成する元素からなる1種又は数種の材料ガスをウェーハ上に供給している。このとき、ウェーハ表面に形成される薄膜を所望のものにするために、ウェーハ上に供給される材料ガスを一定量連続して供給させる必要がある。

【0003】そこで、CVD装置においては、ウェーハ上に供給される材料ガスを一定量連続して供給させるガス供給制御装置が使用されている。かかるガス供給制御装置には、例えば、特開平10-55218号公報に記載された圧力式流量制御装置がある。特開平10-55218号公報に記載された圧力式流量制御装置は、オリフィスの下流側の圧力 $P_2$ に対するオリフィスの上流側の圧力 $P_1$ の比 $P_1/P_2$ が約1.4より大きい場合に、オリフィスを音速流で通過する材料ガスの流量 $Q_c$ が、 $Q_c = K \times S \times P_1$

(但し、Kは定数、Sは最小流路面積)のベルヌーイの式で近似される、オリフィスの圧力流量特性を利用するものである。

【0004】従って、材料ガスが音速流にあり、オリフィスの下流側の圧力 $P_2$ に対するオリフィスの上流側の上流圧力 $P_1$ の比 $P_1/P_2$ が約1.4より大きければ、一次圧力検出器で検出されるオリフィスの上流側の圧力 $P_1$ に基づいて、オリフィスを通過する材料ガスの流量 $Q_c$ を算出することができる。また、オリフィスの上流側の圧力 $P_1$ をコントロール弁で調節することにより、オリフィスを通過する材料ガスの流量 $Q_c$ を設定値に保つことができる。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、常温常圧の下で固体の状態にある材料ガスをウェーハ上に供給する場合には、特開平10-55218号公報に記載された圧力式流量制御装置では、対応することができない問題があった。

【0006】なぜなら、このような場合には、固体ソースを気体の状態にする必要があり、かかる気体の状態を維持するには、高温減圧を保たなければならないが、それを実現する設備がなかったからである。さらに、気体状態にある固体ソースが高温であると、高温に弱いコントロール弁や温度検出器(オリフィスの上流側の温度を検出するもの)などを用いることができなかつたからである。

【0007】また、材料ガスによっては、オリフィスの流路が腐食されて増加したり、オリフィスの流路が目詰まりして減少したりするので、上述した材料ガスの流量 $Q_c$ の算出式の最小流路面積 $S$ が変化する場合があるが、特開平10-55218号公報に記載された圧力式

流量制御装置では、上述した材料ガスの流量 $Q_c$ の算出式に対して、最小流路面積 $S$ である有効断面積の変化を補うことができない問題があった。

【0008】また、周辺装置の事情から、オリフィスを通過する材料ガスを亜音速流にしなければならない場合があるが、特開平10-55218号公報に記載された圧力式流量制御装置では、オリフィスを通過する材料ガスは音速流であることを前提としているので、オリフィスである絞り部を亜音速流で通過する材料ガスの供給量を制御することができない問題があった。

【0009】そこで、本発明は、上述した問題点を解決するためになされたものであり、固体ソースから昇華させた材料ガスの供給量を制御することができるガス供給制御装置を提供することを目的とする。

【0010】また、材料ガスの供給量を制御する際ににおいて、絞り部の有効断面積の変化を補うことができるガス供給制御装置を提供することを目的とする。

【0011】また、絞り部を亜音速流で通過する材料ガスの供給量を制御することができるガス供給制御装置を提供することを目的とする。

【0012】

【課題を解決するための手段】この目的を達成するため成された請求項1に係るガス供給制御装置は、材料ガスが音速流で一定量連続して通過する絞り部と、前記絞り部の上流圧力を調節する上流圧力制御バルブと、前記絞り部の上流圧力を検出する上流圧力センサと、前記絞り部の上流温度を検出する上流温度センサとを有し、前記材料ガスの供給時における前記上流圧力センサと前記上流温度センサの各々の検出結果に基づいて、前記絞り部を通過する前記材料ガスの流量を算出する一方、前記絞り部の上流圧力を前記上流圧力制御バルブで調節して、前記絞り部を通過する前記材料ガスの流量を設定値に保つことにより、前記材料ガスの供給量を制御するガス供給制御装置であって、前記材料ガスは、固体ソースを昇華させたことにより発生したものであることを特徴とする。

【0013】また、請求項2に係るガス供給制御装置は、材料ガスが音速流で一定量連続して通過する絞り部と、前記絞り部の上流圧力を調節する上流圧力制御バルブと、前記絞り部の上流圧力を検出する上流圧力センサと、前記絞り部の上流温度を検出する上流温度センサとを有し、前記材料ガスの供給時における前記上流圧力センサと前記上流温度センサの各々の検出結果に基づいて、前記絞り部を通過する前記材料ガスの流量を算出する一方、前記絞り部の上流圧力を前記上流圧力制御バルブで調節して、前記絞り部を通過する前記材料ガスの流量を設定値に保つことにより、前記材料ガスの供給量を制御するガス供給制御装置であって、前記上流圧力制御バルブの全閉時における前記上流圧力センサと前記上流温度センサの各々の検出結果に基づいて算出された前記

絞り部の有効断面積を使用することによって、前記絞り部を通過する前記材料ガスの流量を算出することを特徴とする。

【0014】また、請求項3に係るガス供給制御装置は、請求項2に記載するガス供給制御装置であって、前記材料ガスは、固体ソースを昇華させたことにより発生したものであることを特徴とする。また、請求項4に係るガス供給制御装置は、請求項1又は請求項3に記載するガス供給制御装置であって、前記上流圧力制御バルブは圧縮空気で駆動するものであるとともに、前記上流圧力センサはピラニ真空計であることを特徴とする。

【0015】また、請求項5に係るガス供給制御装置は、請求項1乃至請求項4のいずれか一つに記載するガス供給制御装置であって、前記絞り部がノズルであることを特徴とする。また、請求項6に係るガス供給制御装置は、請求項5に記載するガス供給制御装置であって、前記ノズルのスロート部の下流に拡大管が組み付けられていることを特徴とする。

【0016】また、請求項7に係るガス供給制御装置は、請求項1乃至請求項4のいずれか一つに記載するガス供給制御装置であって、前記絞り部がオリフィスであることを特徴とする。

【0017】また、請求項8に係るガス供給制御装置は、材料ガスの供給量を制御するガス供給制御装置であって、前記材料ガスが亜音速流で一定量連続して通過する絞り部と、前記絞り部の上流圧力を調節する上流圧力制御バルブと、前記絞り部の下流圧力を調節する下流圧力制御バルブと、前記絞り部の上流圧力を検出する上流圧力センサと、前記絞り部の下流圧力を検出する下流圧力センサと、前記絞り部の上流温度を検出する上流温度センサとを備え、前記材料ガスの供給時における前記上流圧力センサと前記下流圧力センサと前記上流温度センサの各々の検出結果に基づいて、前記絞り部を通過する前記材料ガスの流量を算出する一方、前記絞り部の上流圧力を前記上流圧力制御バルブで調節するとともに前記絞り部の下流圧力を前記下流圧力制御バルブで調節することによって、前記絞り部を通過する前記材料ガスの流量を設定値に保つことにより、前記材料ガスの供給量を制御することを特徴とする。

【0018】また、請求項9に係るガス供給制御装置は、請求項8に記載するガス供給制御装置であって、前記上流圧力制御バルブの全閉時における前記上流圧力センサと前記上流温度センサの各々の検出結果に基づいて算出された前記絞り部の有効断面積を使用することによって、前記絞り部を通過する前記材料ガスの流量を算出することを特徴とする。

【0019】また、請求項10に係るガス供給制御装置は、請求項8又は請求項9に記載するガス供給制御装置であって、前記材料ガスは、固体ソースを昇華させたことにより発生したものであることを特徴とする。また、

請求項11に係るガス供給制御装置は、請求項10に記載するガス供給制御装置であって、前記上流圧力制御バルブは圧縮空気で駆動されるものであるとともに、前記上流圧力センサはピラニ真空計であることを特徴とする。

【0020】また、請求項12に係るガス供給制御装置は、請求項8乃至請求項11のいずれか一つに記載するガス供給制御装置であって、前記絞り部がノズルであることを特徴とする。また、請求項13に係るガス供給制御装置は、請求項8乃至請求項11のいずれか一つに記載するガス供給制御装置であって、前記絞り部がオリフィスであることを特徴とする。

【0021】また、請求項14に係るガス供給制御装置は、請求項1乃至請求項13のいずれか一つに記載するガス供給制御装置であって、前記材料ガスは、CVD装置に供給されることを特徴とする。

【0022】このような特定事項を有する本発明のガス供給制御装置は、絞り部の下流圧力P2に対する絞り部の上流圧力P1の比P1/P2が一定値以上の場合に、

20 絞り部を音速流で通過する材料ガスの流量Qが、  

$$Q = KK \times SS \times P1 \times (273/T1)^{1/2}$$
  
 (但し、KKは定数、SSは絞り部の有効断面積、T1は絞り部の上流温度) のベルヌーイの式で近似される、絞り部の圧力流量特性を利用するものである。

【0023】従って、材料ガスが音速流にあり、絞り部の下流圧力P2に対する絞り部の上流圧力P1の比P1/P2が一定値以上にあれば、上流圧力センサで検出される絞り部の上流圧力P1と、上流温度センサで検出される絞り部の上流温度T1とに基づいて、絞り部を音速流で通過する材料ガスの流量Qを算出することができる。また、絞り部の上流圧力P1を上流圧力制御バルブで調節することにより、絞り部を音速流で通過する材料ガスの流量Qを設定値に保つことができる。

【0024】そして、固体ソースを昇華させることによって、気体の状態にある固体ソースの材料ガスを発生させることができる。よって、固体ソースから昇華させた材料ガスを、絞り部を介して、(例えば、CVD装置に) 供給することができる。そして、上述したように、絞り部を音速流で通過する材料ガスの流量Qを算出することができるとともに設定値に保つことができるので、固体ソースから昇華させた材料ガスの供給量を制御することが可能となる。

【0025】また、本発明のガス供給制御装置は、上流圧力制御弁を全閉にした場合に、上流圧力制御弁から絞り部までの容積Vの圧力が、PHからPLまでに降下するのに要する時間tについて、

$$t = KK' \times (V/SS) \times \ln(PH/PL) \times (273/T)^{1/2}$$
  
 (但し、KK'は定数、SSは絞り部の有効断面積、Tは前記Vの温度) で近似される、絞り部の圧力降下特性

を利用するものもある。

【0026】従って、上流圧力制御弁から絞り部までの容積Vと、圧力P<sub>H</sub>、P<sub>L</sub>と、上流圧力制御弁を全閉にした場合に、上流圧力センサで検出される前記Vの圧力P<sub>H</sub>、P<sub>L</sub>に基づいて計測されるものであって、前記Vの圧力がP<sub>H</sub>からP<sub>L</sub>までに降下するのに要する時間tと、上流温度センサで検出される前記Vの温度Tとを代入することにより、現状の絞り部の有効断面積S<sub>S</sub>を算出することができる。そして、このように算出された現状の絞り部の有効断面積S<sub>S</sub>は、絞り部を音速流で通過する材料ガスの流量Qや、後述するQ'を算出する際に使用される。

【0027】また、本発明のガス供給制御装置は、絞り部を亜音速流で通過する材料ガスの流量Q'が、  

$$Q' = KK'' \times SS \times ((P_1 - P_2) \times P_2)^{1/2} \times (273/T_1)^{1/2}$$

(但し、KK''は定数、SSは絞り部の有効断面積、P<sub>1</sub>は絞り部の上流圧力、P<sub>2</sub>は絞り部の下流圧力、T<sub>1</sub>は絞り部の上流温度)のベルヌーイの式で近似される、絞り部の圧力流量特性を利用するものである。

【0028】従って、材料ガスが亜音速流にあれば、上流圧力センサで検出される絞り部の上流圧力P<sub>1</sub>と、下流圧力センサで検出される絞り部の下流圧力P<sub>2</sub>と、上流温度センサで検出される絞り部の上流温度T<sub>1</sub>に基づいて、絞り部を亜音速流で通過する材料ガスの流量Q'を算出することができる。また、絞り部の上流圧力P<sub>1</sub>を上流圧力制御バルブで調節するとともに絞り部の下流圧力P<sub>2</sub>を下流圧力制御バルブで調節することにより、絞り部を亜音速流で通過する材料ガスの流量Q'を設定値に保つことができる。

【0029】また、固体ソースを昇華させることによって、気体の状態にある固体ソースの材料ガスを発生させることができると場合には、固体ソースから昇華させた材料ガスを、絞り部を介して、(例えば、CVD装置に)供給することができる。そして、上述したように、絞り部を亜音速流で通過する材料ガスの流量Q'を算出することができるとともに設定値に保つことができるので、固体ソースから昇華させた材料ガスの供給量を制御することが可能となる。

【0030】尚、本発明のガス供給制御装置において、固体ソースから昇華させた材料ガスを気体の状態に維持するには、高温減圧を保たなければならない場合があるが、このときは、固体ソースから昇華させた材料ガスが高温であるために、絞り部の上流圧力P<sub>1</sub>を調節する上流圧力制御バルブであって、磁歪素子、ソレノイド、モータなどを駆動源とするものについては使用できないおそれがあり、また、絞り部の上流圧力P<sub>1</sub>を検出する上流圧力センサであって、静電容量型のものについては使用できないおそれがある。

【0031】そこで、圧縮空気で駆動される上流圧力制

御バルブを使用するとともに、上流圧力センサとしてピラニ真空計を使用することにより、固体ソースから昇華させた材料ガスが高温であっても、上流圧力制御バルブで絞り部の上流圧力P<sub>1</sub>を調節することや、上流圧力センサで絞り部の上流圧力P<sub>1</sub>を検出することに支障がないようしている。

【0032】また、本発明のガス供給制御装置の絞り部は、オリフィス、ノズルなどが使用されるが、特に、材料ガスが音速流で通過する場合には、ノズルのスロート部の下流に拡大管が組み付けられているものも使用される。

【0033】すなわち、本発明のガス供給制御装置では、固体ソースから昇華させた材料ガスを、絞り部を介して、供給することができるとともに、上流圧力センサで検出される絞り部の上流圧力と、上流温度センサで検出される絞り部の上流温度に基づいて、絞り部を通過する材料ガスの流量を算出し、また、絞り部の上流圧力を上流圧力制御バルブで調節することにより、絞り部を通過する材料ガスの流量を設定値に保つことができるの

で、固体ソースから昇華させた材料ガスの供給量を制御することが可能となる。

【0034】また、本発明のガス供給制御装置では、絞り部を通過する材料ガスの流量を算出する際において、上流圧力制御バルブの全閉時における上流圧力センサの検出結果と上流温度センサの検出結果とに基づいて算出された絞り部の有効断面積を使用しているので、現状の絞り部の有効断面積が、絞り部の腐食などによって増加したり、絞り部の目詰まりなどによって減少したりしても、材料ガスの供給量を制御する際において、絞り部の有効断面積の変化を補うことができる。

【0035】また、本発明のガス供給制御装置では、上流圧力センサで検出される絞り部の上流圧力と、下流圧力センサで検出される絞り部の下流圧力と、上流温度センサで検出される絞り部の上流温度とに基づいて、絞り部を亜音速流で通過する材料ガスの流量を算出し、また、絞り部の上流圧力を上流圧力制御バルブで調節するとともに絞り部の下流圧力を下流圧力制御バルブで調節することにより、絞り部を亜音速流で通過する材料ガスの流量を設定値に保つことができるので、絞り部を亜音速流で通過する材料ガスの供給量を制御することができる。

【0036】また、本発明のガス供給制御装置において、絞り部の上流圧力を調節する上流圧力制御バルブが圧縮空気で駆動されるものであるとともに、絞り部の上流圧力を検出する上流圧力センサがピラニ真空計である場合には、固体ソースから昇華させた材料ガスが高温であっても、上流圧力制御バルブで絞り部の上流圧力を調節することや、上流圧力センサで絞り部の上流圧力を検出することに支障がないので、固体ソースから昇華させた材料ガスが高温であっても、その供給量を制御するこ

とが可能である。

【0037】また、本発明のガス供給制御装置の絞り部は、オリフィス、ノズルなどが使用されるが、特に、ノズルについては、スロート部の下流に拡大管が組み付けられているものであれば、オリフィスやノズルなどと比べ、絞り部の下流圧力に対する絞り部の上流圧力の比が低い（絞り部の上流圧力と絞り部の下流圧力が比較的近い）場合でも、スロート部における音速流は維持されるので、材料ガスを音速流で通過させたいときにおいて、絞り部の圧力流量特性を利用をする際に必要な要件（絞り部の下流圧力に対する絞り部の上流圧力の比）を緩和することができる。

【0038】また、本発明のガス供給制御装置において、材料ガスをCVD装置に供給する場合には、CVD装置に供給される際の材料ガスを高速で移動させることが多く、このときは、材料ガスを音速流や亜音速流で絞り部を通過させるには好適な条件にあることから、上述した効果は大きなものとなる。

【0039】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態を図面を参照して説明する。図1は、半導体製造のウェーハ処理工程における、CVD装置を使用した薄膜形成のラインの一部であって、本実施の形態のガス供給制御装置を備えたものを示した概略図である。

【0040】CVD装置30は、真空ポンプ31によって、反応室内が減圧状態に保たれるものである。そして、CVD装置30と真空ポンプ31の間には、CVD装置30の減圧状態を電気信号で制御する下流圧力制御弁20と、CVD装置30と真空ポンプ31を遮断する遮断弁10が設けられている。

【0041】また、CVD装置30には、遮断弁11を介して、ウェーハ表面の薄膜材料を構成する元素からなる1種の材料ガスが供給される。かかる材料ガスは、シリンドラ32内において、固体ソース50から昇華されたものであって（ここでは、化学式Ba（C<sub>11</sub>H<sub>19</sub>O<sub>1</sub>）<sub>2</sub>）、その昇華温度は0.65kPaで250°Cのものである。

【0042】そして、図1の半導体製造のウェーハ処理工程においては、かかる材料ガスを一定量連続してCVD装置30内に供給することによって、ウェーハ表面に所望の薄膜を形成させている。そのため、シリンドラ32と遮断弁11の間に、絞り部であるオリフィス33、ピラニ真空計である上流圧力センサ34、ピラニ真空計である下流圧力センサ51、上流温度センサ35、圧縮空気で駆動される上流圧力制御バルブ21などが設けられ、コントローラ40で制御されるガス供給制御装置が設けられている。

【0043】図2は、かかるガス供給制御装置の一例を、断面図で示したものである。図2で示されたガス供給制御装置は、オリフィス33、上流圧力センサ34、

上流温度センサ35、上流圧力制御バルブ21がユニット化されたものであって、各々を一体にしたものである。上流圧力制御バルブ21は、耐熱用樹脂であるロッドパッキン22を除くほか、その内部は全て金属で構成されており、さらに、圧縮空気により駆動されることから、耐熱性能に優れたものである。また、上流圧力センサ34は、 $1.0 \times 10^{-1} \sim 1.0 \times 10^5$  Paを測定範囲とするピラニ真空計である。また、上流温度センサ35については、上流圧力センサ34であるピラニ真空計の温度測定機能を使用している。尚、図1の下流圧力センサ51も、 $1.0 \times 10^{-1} \sim 1.0 \times 10^5$  Paを測定範囲とするピラニ真空計である。

【0044】図1に戻り、ここでは、オリフィス33、上流圧力センサ34、上流温度センサ35、上流圧力制御バルブ21、コントローラ40などからなるガス供給制御装置が、シリンドラ32内で固体ソース50から昇華させた材料ガスをCVD装置30内に連続的に供給し、その供給量を制御する仕組みについて説明する。

【0045】かかるガス供給制御装置は、オリフィス33の上流圧力P1（上流圧力センサ34で検出されるもの）とオリフィス33の下流圧力P2（下流圧力センサ51で検出されるもの）が減圧された状態にあっても、その比P1/P2が一定値（以下、「限界値」という）以上にある場合には、オリフィス33を音速流で通過する材料ガスの流量Qが、

$$Q = KK \times SS \times P1 \times (273/T1)^{1/2}$$

（但し、KKは定数、SSはオリフィス33の有効断面積、T1はオリフィス33の上流温度であって上流温度センサ35で検出されるもの）のベルヌーイの式で近似される、オリフィス33の圧力流量特性を利用するものである。

【0046】これによれば、オリフィス33の上流温度T1（上流温度センサ35で検出されるもの）が一定であり、オリフィス33の下流圧力P2（下流圧力センサ51で検出されるもの）に対するオリフィス33の上流圧力P1（上流圧力センサ34で検出されるもの）の比P1/P2が「限界値」以上にあれば、オリフィス33の下流圧力P2（下流圧力センサ51で検出されるもの）に影響されることなく、オリフィス33の上流圧力P1（上流圧力センサ34で検出されるもの）をもって、音速流でオリフィス33を通過する材料ガスの流量Qを制御することができる。

【0047】図3は、図1のCVD装置30を使用した薄膜形成のラインにおいて、オリフィス33の上流温度T1（上流温度センサ35で検出されるもの）が常温で一定にあり、オリフィス33の上流圧力P1（上流圧力センサ34で検出されるもの）が3.9kPaの減圧された状態で一定にある場合には、オリフィス33の下流圧力P2（下流圧力センサ51で検出されるもの）に対するオリフィス33の上流圧力P1（上流圧力センサ34で検出されるもの）の比P1/P2が「限界値」以上にあれば、オリフィス33を音速流で通過する材料ガスの流量Qを制御することができる。

4で検出されるもの)の比P<sub>1</sub>/P<sub>2</sub>が約2.8(「限界値」に相当するもの)以上にあれば、音速流でオリフィス33(径が約1mmのもの)を通過する材料ガスの流量Qが、オリフィス33の下流圧力P<sub>2</sub>(下流圧力センサ51で検出されるもの)に影響されることなく、一定にあることを示した図である。

【0048】尚、図3のデータは、オリフィス33の上流圧力P<sub>1</sub>(上流圧力センサ34で検出されるもの)が3.9kPaの減圧された状態で取得したものであるが、上述した流量Qの算出式を考慮すれば、オリフィス33の上流圧力P<sub>1</sub>(上流圧力センサ34で検出されるもの)を大きく上下にシフトさせた場合でも、この傾向が変わることはない。

【0049】また、図3のデータは、オリフィス33の上流温度T<sub>1</sub>(上流温度センサ35で検出されるもの)が常温にある下で取得したものであるが、上述した流量Qの算出式を考慮すれば、オリフィス33の上流温度T<sub>1</sub>(上流温度センサ35で検出されるもの)が固体ソース50の昇華温度以上の高温である場合でも、この傾向が変わることはない。

【0050】よって、オリフィス33の上流温度T<sub>1</sub>(上流温度センサ35で検出されるもの)が一定になり、上流圧力制御弁21でオリフィス33の上流圧力P<sub>1</sub>(上流圧力センサ34で検出されるもの)を一定に調節した場合には、オリフィス33の下流圧力P<sub>2</sub>(下流圧力センサ51で検出されるもの)に対するオリフィス33の上流圧力P<sub>1</sub>(上流圧力センサ34で検出されるもの)の比P<sub>1</sub>/P<sub>2</sub>が「限界値」以上にあることが確保されていれば、オリフィス33の下流圧力P<sub>2</sub>(下流圧力センサ51で検出されるもの)がCVD装置30などの影響を受けて変動しても、音速流でオリフィス33を通過する材料ガスの流量Qは、常に一定となる。

【0051】また、図4は、図1のCVD装置30を使用した薄膜形成のラインにおいて、オリフィス33の上流温度T<sub>1</sub>(上流温度センサ35で検出されるもの)が一定である場合には、音速流でオリフィス33(径が約1mmのもの)を通過する材料ガスの流量Qは、オリフィス33の上流圧力P<sub>1</sub>(上流圧力センサ34で検出されるもの)に対して直線性があることを示した図である。

【0052】尚、図4のデータは、オリフィス33の上流温度T<sub>1</sub>(上流温度センサ35で検出されるもの)が常温にある下で取得したものであるが、上述した流量Qの算出式を考慮すれば、オリフィス33の上流温度T<sub>1</sub>(上流温度センサ35で検出されるもの)が固体ソース50の昇華温度以上の高温である場合でも、この傾向が変わることはない。

【0053】よって、オリフィス33の上流温度T<sub>1</sub>(上流温度センサ35で検出されるもの)が一定にある場合には、オリフィス33の下流圧力P<sub>2</sub>(下流圧力セ

ンサ51で検出されるもの)がCVD装置30などの影響を受けて変動しても、音速流でオリフィス33を通過する材料ガスの流量Qを、上流圧力制御弁21で調節されるオリフィス33の上流圧力P<sub>1</sub>(上流圧力センサ34で検出されるもの)で制御することができる。

【0054】以上より、固体ソース50から昇華させた材料ガスの気体の状態を維持するために、ヒータなどで図1の加熱範囲60を加熱して、オリフィス33の上流温度T<sub>1</sub>(上流温度センサ35で検出されるもの)を昇華温度以上の高温に維持した場合でも、オリフィス33の下流圧力P<sub>2</sub>(下流圧力センサ51で検出されるもの)に対するオリフィス33の上流圧力P<sub>1</sub>(上流温度センサ34で検出されるもの)の比P<sub>1</sub>/P<sub>2</sub>が「限界値」以上に確保されていれば、音速流でオリフィス33を通過する材料ガスの流量Qは、上流圧力制御弁21で調節されるオリフィス33の上流圧力P<sub>1</sub>をもって制御することができる。

【0055】尚、オリフィス33の下流圧力P<sub>2</sub>(下流圧力センサ51で検出されるもの)に対するオリフィス33の上流圧力P<sub>1</sub>(上流圧力センサ34で検出されるもの)の比P<sub>1</sub>/P<sub>2</sub>の「限界値」が、オリフィス33の上流温度T<sub>1</sub>(上流温度センサ35で検出されるもの)に伴い多少変動する。従って、音速流でオリフィス33を通過する材料ガスの流量Qを、上流圧力制御弁21で調節されるオリフィス33の上流圧力P<sub>1</sub>をもって制御する際には、この点についても考慮される。

【0056】次に、オリフィス33、上流圧力センサ34、上流温度センサ35、上流圧力制御バルブ21、コントローラ40などからなるガス供給制御装置が、シリンドラ32内で固体ソース50から昇華させた材料ガスをCVD装置30内に連続的に供給し、その供給量を制御する動作手順について説明する。

【0057】まず、図1の加熱範囲をヒータで加熱し、シリンドラ32内については250°Cにする。その一方で、遮断弁11、12、13を閉じ、遮断弁14、15と上流圧力制御弁21を開けた状態で、オリフィス33と遮断弁11の間を起点とするペントラインの真空ポンプ(図示しない)を起動させて、シリンドラ32内を固体ソース50の飽和蒸気圧(ここでは、250°Cで0.65kPa)以下に減圧する。そして、シリンドラ32内の圧力P<sub>0</sub>が固体ソース50の飽和蒸気圧以下になったことを、上流圧力センサ36を介して第1比較回路41で検出すると、第1比較回路41は制御回路42に対して制御開始信号を発信する。

【0058】制御回路42が制御開始信号を受信すると、遮断弁13が開けられ、同時に、レギュレータ39を開けて、アルゴンなどのキャリアガスをマスフローコントローラ37を介して一定量連続して供給する。このとき、第1演算回路43は、上流圧力センサ34が検出したオリフィス33の上流圧力P<sub>1</sub>と、上流温度センサ

13

35が検出したオリフィス33の上流温度T1を、上述した流量Qの算出式にあてはめて、音速流でオリフィス33を通過する材料ガスの流量Qを算出し、その算出値を制御回路42に対して発信する。

【0059】尚、制御回路42に発信される算出値には、キャリアガスの流量も含まれている。そこで、マスフローコントローラ37を介してキャリアガスのみが上流圧力制御弁21に対し一定量連続して供給された場合において、かかる上流圧力制御弁21で調節されるオリフィス33の上流圧力P1の圧力特性を予め取得しておく。そして、かかる圧力特性からキャリアガスの分圧を求めるこことによって、キャリアガスの流量を把握し、その分を差し引くこことによって、かかる算出値からキャリアガスの流量を排除することが行われる。

【0060】制御回路42では、受信した算出値が設定値に近づくように、上流圧力制御弁21でオリフィス33の上流圧力P1を調節する。それには、電空レギュレータ38に制御信号を発信して、上流圧力制御弁21の駆動源である圧縮空気の供給量を調節することによって行う。その後、制御回路42は、受信した算出値が安定し設定値と一致するようになったら、ペントラインの遮断弁15を閉じるとともに、CVD装置30と通じる遮断弁11を開ける。これにより、シリンダ32内で固体ソース50から昇華させた材料ガスであって設定値の流量を、CVD装置30内に連続的に供給することができる。

【0061】また、オリフィス33、上流圧力センサ34、上流温度センサ35、上流圧力制御バルブ21、コントローラ40などからなるガス供給制御装置は、現状のオリフィス33の有効断面積SSを算出することもできる。それには、上流圧力制御弁21を閉じた際ににおいて、上流圧力制御弁21からオリフィス33までの容積の圧力が、PHからPLまでに降下するのに要する時間tについて、 $t = KK' \times (V/SS) \times \ln(PH/PL) \times (273/T)^{1/2}$ （但し、KK'は定数、Vは上流圧力制御弁21からオリフィス33までの容積、SSはオリフィス33の有効断面積、Tは前記Vの温度）で近似されることを利用する。尚、上流圧力制御弁21からオリフィス33までの容積Vの圧力は、上流圧力センサ34で検出することができる。また、温度Tは、上流温度センサ35で検出することができる。

【0062】そして、定期点検時などにおいて、遮断弁11、13、14を閉じ、遮断弁12、15と上流圧力制御弁21を開けた状態で、ペントラインの真空ポンプ（図示しない）を起動させ、マスフローコントローラ37を介してキャリアガスのみを一定量流し続ける。その後、上流圧力制御弁21を閉じ、上流圧力制御弁21からオリフィス33までの容積Vの圧力がPHからPLまでに降下するのに要する時間tを、上流圧力センサ34を介して取得し、オリフィス33に目詰まりがない場合の時間t0と第2比較回路45で比較する。

14

リフィス33までの容積Vの温度Tを、上流温度センサ35で検出する。

【0063】そして、第2演算回路44において、上流圧力制御弁21からオリフィス33までの容積V、圧力PH、PL、容積Vの圧力がPHからPLまでに降下するのに要する時間t、前記容積Vの温度Tを、上述したtの算出式に代入することにより、オリフィス33の有効断面積SSを算出する。このように、算出されたオリフィス33の有効断面積SSは現状のもの（正確には、定期点検時のもの）であり、第1演算回路43に送信され、その後において、上述した材料ガスの流量Qの算出式のオリフィス33の有効断面積SSとして使用される。

【0064】また、上述したtの算出式を利用することによって、オリフィス33が交換する程に劣化したことを外部に知らせることができる。ここでは、オリフィス33が材料ガスによって目詰まりが起きやすい場合において、その動作手順について説明する。先ず、オリフィス33に目詰まりがない場合（材料ガスを実際に通過させる前の状態）において、遮断弁11、13、14を閉じ、遮断弁12、15と上流圧力制御弁21を開けた状態で、ペントラインの真空ポンプ（図示しない）を起動させ、マスフローコントローラ37を介してキャリアガスのみを一定量流し続ける。そして、上流圧力制御弁21を開じた後に、上流圧力制御弁21からオリフィス33までの容積Vの圧力がPHからPLまでに降下するのに要する時間t0を、上流圧力センサ34を介して予め取得しておく。

【0065】さらに、定期点検時などにおいて、同様にして、遮断弁11、13、14を閉じ、遮断弁12、15と上流圧力制御弁21を開けた状態で、ペントラインの真空ポンプ（図示しない）を起動させ、マスフローコントローラ37を介してキャリアガスのみを一定量流し続ける。そして、上流圧力制御弁21を開じた後に、上流圧力制御弁21からオリフィス33までの容積Vの圧力がPHからPLまでに降下するのに要する時間tを、上流圧力センサ34を介して取得し、オリフィス33に目詰まりがない場合の時間t0と第2比較回路45で比較する。

【0066】その結果、上流圧力制御弁21からオリフィス33までの容積Vの圧力がPHからPLまでに降下するのに要する時間tが、オリフィス33の目詰まりがない場合の時間t0より許容差を越えて長くなる場合には、第2比較回路45はアラーム信号を発信し、オリフィス33が交換する程に目詰まりしたことを外部に知らせる。尚、許容差は、いわゆる測定誤差に設定してもよいし、かかる測定誤差より大きめに設定してもよい。

【0067】一方、上流圧力制御弁21からオリフィス33までの容積Vの圧力がPHからPLまでに降下するのに要する時間tが、オリフィス33の目詰まりがない

場合の時間  $t_0$  より許容差を越えずに長くなる場合には、オリフィス 33 の目詰まりが許容範囲内なので、第 2 比較回路 45 はアラーム信号を発信することはない。

尚、この場合は、オリフィス 33 が交換する程に目詰まりしたものではないので、上述した現状のオリフィス 33 の有効断面積  $S_S$  が算出されることとなる。

【0068】尚、図 1 でその概略が示されたラインについては、定常時において、オリフィス 33 を通過する材料ガスが音速流であることが十分に確保され、また、オリフィス 33 の下流圧力  $P_2$ （下流圧力センサ 51 で検出されるもの）に対するオリフィス 33 の上流圧力  $P_1$ （上流圧力センサ 34 で検出されるもの）の比  $P_1/P_2$  が「限界値」より十分に大きくなるように確保され、さらに、シリンダ 32 内の圧力  $P_0$  が固体ソース 50 の飽和蒸気圧より十分に低くなるように確保されることを考慮して、設計されている。

【0069】以上詳細に説明したように、本実施の形態のガス供給制御装置は、オリフィス 33 の下流圧力  $P_2$  に対するオリフィス 33 の上流圧力  $P_1$  の比  $P_1/P_2$  が「限界値」以上の場合に、オリフィス 33 を音速流で通過する材料ガスの流量  $Q$  が、

$$Q = KK \times S_S \times P_1 \times (273/T_1)^{1/2}$$

（但し、KK は定数、S\_S はオリフィス 33 の有効断面積、T\_1 はオリフィス 33 の上流温度）のベルヌーイの式で近似される、オリフィス 33 の圧力流量特性を利用するものである。

【0070】従って、材料ガスが音速流にあり、オリフィス 33 の下流圧力  $P_2$  に対するオリフィス 33 の上流圧力  $P_1$  の比  $P_1/P_2$  が「限界値」以上にあれば、上流圧力センサ 34 で検出されるオリフィス 33 の上流圧力  $P_1$  と、上流温度センサ 35 で検出されるオリフィス 33 の上流温度  $T_1$  とに基づいて、オリフィス 33 を音速流で通過する材料ガスの流量  $Q$  を算出することができる。また、オリフィス 33 の上流圧力  $P_1$  を上流圧力制御バルブ 21 で調節することにより、オリフィス 33 を音速流で通過する材料ガスの流量  $Q$  を設定値に保つことができる。

【0071】そして、固体ソース 50 を昇華させることによって、気体の状態にある固体ソース 50 の材料ガスを発生させることができる。よって、固体ソース 50 から昇華させた材料ガスを、オリフィス 33 を介して、CVD 装置 30 に供給することができる。そして、上述したように、オリフィス 33 を音速流で通過する材料ガスの流量  $Q$  を算出することができるとともに設定値に保つことができるので、固体ソース 50 から昇華させた材料ガスの供給量を制御することが可能となる。

【0072】また、本実施の形態のガス供給制御装置は、上流圧力制御弁 21 を全閉にした場合に、上流圧力制御弁 21 からオリフィス 33 までの容積  $V$  の圧力が、 $P_H$  から  $P_L$  までに降下するのに要する時間  $t$  につい

$$t = KK' \times (V/S_S) \times \ln(P_H/P_L) \times (273/T)^{1/2}$$

（但し、KK' は定数、S\_S はオリフィス 33 の有効断面積、T は前記 V の温度）で近似される、オリフィス 33 の圧力降下特性を利用するものもある。

【0073】従って、上流圧力制御弁 21 からオリフィス 33 までの容積  $V$  と、圧力  $P_H$ 、 $P_L$  と、上流圧力制御弁 21 を全閉にした場合に、上流圧力センサ 34 で検出される前記  $V$  の圧力  $P_H$ 、 $P_L$  に基づいて計測されるものであって、前記  $V$  の圧力が  $P_H$  から  $P_L$  までに降下するのに要する時間  $t$  と、上流温度センサ 34 で検出される前記  $V$  の温度  $T$  を代入することにより、現状のオリフィス 33 の有効断面積  $S_S$  を算出することができる。そして、このように算出された現状のオリフィス 33 の有効断面積  $S_S$  は、オリフィス 33 を音速流で通過する材料ガスの流量  $Q$  を算出する際に使用される。

【0074】尚、本実施の形態のガス供給制御装置においては、固体ソース 50 から昇華させた材料ガスを気体の状態に維持しているので、高温減圧（例えば、化学式  $Ba(C_{11}H_{10}O_2)_n$  の固定ソース 50 について、 $0.65 kPa$  以下で  $250^\circ C$  以上）に保たなければならない場合があるが、このときは、固体ソース 50 から昇華させた材料ガスが高温であるために、オリフィス 33 の上流圧力  $P_1$  を調節する上流圧力制御バルブ 21 であって、磁歪素子、ソレノイド、モータなどを駆動源とするものについては使用できないおそれがあり、また、オリフィス 33 の上流圧力  $P_1$  を検出する上流圧力センサ 34 であって、静電容量型のものについては使用できないおそれがある。

【0075】そこで、圧縮空気で駆動される上流圧力制御バルブ 21 を使用するとともに、上流圧力センサ 34 としてピラニ真空計を使用することにより、固体ソース 50 から昇華させた材料ガスが高温であっても、上流圧力制御バルブ 21 でオリフィス 33 の上流圧力  $P_1$  を調節することや、上流圧力センサ 34 でオリフィス 33 の上流圧力  $P_1$  を検出することに支障がないようにしている。

【0076】すなわち、本実施のガス供給制御装置では、固体ソース 50 から昇華させた材料ガスを、オリフィス 33 を介して、供給することができるとともに、上流圧力センサ 34 で検出されるオリフィス 33 の上流圧力  $P_1$  と、上流温度センサ 34 で検出されるオリフィス 33 の上流温度  $T_1$  とに基づいて、オリフィス 33 を通過する材料ガスの流量  $Q$  を算出し、また、オリフィス 33 の上流圧力  $P_1$  を上流圧力制御バルブ 21 で調節することにより、オリフィス 33 を通過する材料ガスの流量  $Q$  を設定値に保つことができるので、固体ソース 50 から昇華させた材料ガスの供給量を制御することが可能となる。

【0077】また、本実施の形態のガス供給制御装置では、オリフィス33を音速流で通過する材料ガスの流量Qを算出する際ににおいて、上流圧力制御バルブ21の全閉時における上流圧力センサ34の検出結果と上流温度センサ35の検出結果に基づいて算出されたオリフィス33の有効断面積SSを使用しているので、現状のオリフィス33の有効断面積SSが、オリフィス33の腐食などによって増加したり、オリフィス33の目詰まりなどによって減少したりしても、材料ガスの供給量を制御する際ににおいて、オリフィス33の有効断面積SSの変化を補うことができる。

【0078】また、本実施の形態のガス供給制御装置では、上流圧力制御バルブ21の全閉時において、上流圧力センサ34の検出結果を介して取得される、上流圧力制御バルブ21からオリフィス33までの容積Vの圧力がPHからPLまでに下降するのに要する時間tを、オリフィス33に目詰まりがない場合（例えば、材料ガスを実際に通過させる前の状態）の時間t0と比較することによって、現状のオリフィス33の目詰まりの程度を把握することができるので、オリフィス33が交換する程に劣化したことを外部に知らせることができる。

【0079】また、本実施の形態のガス供給制御装置においては、オリフィス33の上流圧力P1を調節する上流圧力制御バルブ21が圧縮空気で駆動されるものであるとともに、オリフィス33の上流圧力P1を検出する上流圧力センサ34がピラニ真空計であり、固体ソース50から昇華させた材料ガスが高温であっても、上流圧力制御バルブ21でオリフィス33の上流圧力P1を調節することや、上流圧力センサ34でオリフィス33の上流圧力P1を検出することに支障がないので、固体ソース50から昇華させた材料ガスが高温であっても、その供給量を制御することができる。

【0080】また、本実施の形態のガス供給制御装置においては、材料ガスをCVD装置30に供給しており、このときは、CVD装置30に供給される際の材料ガスを高速で移動させることが多く、材料ガスを音速流でオリフィス33を通過させるには好適な条件にあることから、上述した効果は大きなものとなる。

【0081】尚、本発明は上記実施の形態に限定されることなく、その趣旨を逸脱しない範囲で様々な変更が可能である。

【0082】例えば、上記実施の形態のガス供給制御装置では、オリフィス33を音速流で通過する材料ガスの供給量を制御するものであったが、オリフィス33を亞音速流で通過する材料ガスの供給量を制御させることもできる。それには、オリフィス33を亞音速流で通過する材料ガスの流量Q'が、

$$Q' = KK'' \times SS \times ((P_1 - P_2) \times P_2)^{1/2} \times (273/T_1)^{1/2}$$

（但し、KK''は定数、SSはオリフィス33の有効断

10

面積、P1はオリフィス33の上流圧力であって上流圧力センサ34で検出されるもの、P2はオリフィス33の下流圧力であって下流圧力センサ51で検出されるもの、T1はオリフィス33の上流温度であって上流温度センサ35で検出されるもの）のベルヌーイの式で近似される、オリフィス33の圧力流量特性を利用する。

【0083】従って、材料ガスが亞音速流にあれば、上流圧力センサ34で検出されるオリフィス33の上流圧力P1と、下流圧力センサ51で検出されるオリフィス33の下流圧力P2と、上流温度センサ35で検出されるオリフィス33の上流温度T1に基づいて、オリフィス33を亞音速流で通過する材料ガスの流量Q'を算出することができる。また、オリフィス33の上流圧力P1を上流圧力制御バルブ21で調節するとともにオリフィス33の下流圧力P2を下流圧力制御バルブ20で調節することにより、オリフィス33を亞音速流で通過する材料ガスの流量Q'を設定値に保つことができる。

20

【0084】これより、上流圧力センサ34で検出されるオリフィス33の上流圧力P1と、下流圧力センサ51で検出されるオリフィス33の下流圧力P2と、上流温度センサ35で検出されるオリフィス33の上流温度T1に基づいて、オリフィス33を亞音速流で通過する材料ガスの流量Q'を算出し、また、オリフィス33の上流圧力P1を上流圧力制御バルブ21で調節するとともにオリフィス33の下流圧力P2を下流圧力制御バルブ20で調節することにより、オリフィス33を亞音速流で通過する材料ガスの流量Q'を設定値に保つことができるので、オリフィス33を亞音速流で通過する材料ガスの供給量を制御することができる。

30

【0085】さらに、オリフィス33を亞音速流で通過する材料ガスの供給量を制御する際ににおいて、固体ソース50から昇華させた材料ガスの供給量を制御したり、オリフィス33の有効断面積SSの変化を補ったり、オリフィス33が交換する程に劣化したことを外部に知らせたり、固体ソース50から昇華させた材料ガスが高温であっても、その供給量を制御することができる。

40

【0086】また、上記実施の形態のガス供給制御装置においては、材料ガスをCVD装置30に供給しており、このときは、CVD装置30に供給される際の材料ガスを高速で移動させることが多く、材料ガスを亞音速流でオリフィス33を通過させるには好適な条件にあることから、上述した効果は大きなものとなる。

【0087】また、上記実施の形態においては、シリンドラ32内をヒータで250°Cで一定にすることにより、オリフィス33の上流温度T1を一定にしており、固体ソース50から昇華させた材料ガスの供給量を制御する際ににおいて、オリフィス33の上流温度T1を操作の対象から外しているが、ヒータなどでオリフィス33の上流温度T1を調節することによっても、固体ソース50から昇華させた材料ガスの供給量を制御してもよい。

50

【0088】また、上記実施の形態のガス供給制御装置では、オリフィス33が材料ガスによって目詰まりが起きやすい場合において、オリフィス33が交換する程に劣化したことを外部に知らせる動作手順について説明しているが、オリフィス33が材料ガスによって腐食が起きやすい場合においても、オリフィス33が交換する程に劣化したことを外部に知らせることができる。

【0089】このときは、上流圧力制御弁21からオリフィス33までの容積Vの圧力がPHからPLまでに降下するのに要する時間tが、オリフィス33の腐食がない場合（材料ガスを実際に通過させる前の状態）の時間t0より許容差を越えて短くなる場合には、第2比較回路45はアラーム信号を発信し、オリフィス33が交換する程に腐食したことを外部に知らせる。

【0090】一方、上流圧力制御弁21からオリフィス33までの容積Vの圧力がPHからPLまでに降下するのに要する時間tが、オリフィス33の腐食がない場合の時間t0より許容差を越えずに短くなる場合には、オリフィス33の腐食が許容範囲内なので、第2比較回路45はアラーム信号を発信することはない。

【0091】尚、この場合は、オリフィス33が交換する程に腐食したものではないので、上述した現状のオリフィス33の有効断面積SSが算出されることとなる。従って、現状のオリフィス33の有効断面積SSが、オリフィス33の腐食などによって増加したりしても、オリフィス33を音速流で通過する材料ガスの流量Qや、オリフィス33を亜音速流で通過する材料ガスの流量Q'を算出する際において、補うことができる。

【0092】また、上記実施の形態のガス供給制御装置では、絞り部として、オリフィス33を使用しているが、ノズルなどを使用してもよい。

【0093】特に、ノズルのスロート部の下流に拡大管が組み付けられているものについては、オリフィス33や通常のノズルなどと比べ、絞り部の下流圧力P2に対する絞り部の上流圧力P1の比P1/P2が低い（絞り部の上流圧力P1と絞り部の下流圧力P2が比較的近い）場合でも、スロート部における音速流は維持されるので、材料ガスを音速流で通過させたいときにおいて、絞り部の圧力流量特性を利用をする際に必要な要件（絞り部の下流圧力P2に対する絞り部の上流圧力P1の比P1/P2）を緩和することができる。

【0094】また、上記実施の形態においては、固体ソース50から昇華させた材料ガスを、半導体製造装置の一部であるCVD装置30に対して供給しているが、半導体製造装置の一部であって、その他の装置に対して供給してもよい。また、半導体製造装置以外の装置に対して供給してもよい。

【0095】また、上記実施の形態においては、下流圧力センサ51としてピラニ真空計を使用しているが、オリフィス33から離れたところで下流圧力P2を検出す

ることによって、固体ソース50から昇華させた材料ガスの温度の影響を受けることがないならば、下流圧力センサ51はピラニ真空計に限る必要はない。

【0096】また、上記実施の形態においては、下流圧力制御バルブ20として電気信号で駆動されるものを使用しているが、オリフィス33から近いところで下流圧力P2を制御することによって、固体ソース50から昇華させた材料ガスの温度の影響を受けるならば、下流圧力制御バルブ20は圧縮空気で駆動されるものを使用する必要がある。

【0097】

【発明の効果】本発明のガス供給制御装置では、固体ソースから昇華させた材料ガスを、絞り部を介して、供給することができるとともに、上流圧力センサで検出される絞り部の上流圧力と、上流温度センサで検出される絞り部の上流温度に基づいて、絞り部を通過する材料ガスの流量を算出し、また、絞り部の上流圧力を上流圧力制御バルブで調節することにより、絞り部を通過する材料ガスの流量を設定値に保つことができるので、固体ソースから昇華させた材料ガスの供給量を制御することが可能となる。

【0098】また、本発明のガス供給制御装置では、絞り部を通過する材料ガスの流量を算出する際ににおいて、上流圧力制御バルブの全閉時における上流圧力センサの検出結果と上流温度センサの検出結果に基づいて算出された絞り部の有効断面積を使用しているので、現状の絞り部の有効断面積が、絞り部の腐食などによって増加したり、絞り部の目詰まりなどによって減少したりしても、材料ガスの供給量を制御する際ににおいて、絞り部の有効断面積の変化を補うことができる。

【0099】また、本発明のガス供給制御装置では、上流圧力センサで検出される絞り部の上流圧力と、下流圧力センサで検出される絞り部の下流圧力と、上流温度センサで検出される絞り部の上流温度に基づいて、絞り部を亜音速流で通過する材料ガスの流量を算出し、また、絞り部の上流圧力を上流圧力制御バルブで調節するとともに絞り部の下流圧力を下流圧力制御バルブで調節することにより、絞り部を亜音速流で通過する材料ガスの流量を設定値に保つことができるので、絞り部を亜音速流で通過する材料ガスの供給量を制御することができる。

【0100】また、本発明のガス供給制御装置において、絞り部の上流圧力を調節する上流圧力制御バルブが圧縮空気で駆動されるものであるとともに、絞り部の上流圧力を検出する上流圧力センサがピラニ真空計である場合には、固体ソースから昇華させた材料ガスが高温であっても、上流圧力制御バルブで絞り部の上流圧力を調節することや、上流圧力センサで絞り部の上流圧力を検出することに支障がないので、固体ソースから昇華させた材料ガスが高温であっても、その供給量を制御するこ

とが可能である。

【0101】また、本発明のガス供給制御装置の絞り部は、オリフィス、ノズルなどが使用されるが、特に、ノズルについては、スロート部の下流に拡大管が組み付けられているものであれば、オリフィスやノズルなどと比べ、絞り部の下流圧力に対する絞り部の上流圧力の比が低い（絞り部の上流圧力と絞り部の下流圧力が比較的近い）場合でも、スロート部における音速流は維持されるので、材料ガスを音速流で通過させたいときにおいて、絞り部の圧力流量特性を利用をする際に必要な要件（絞り部の下流圧力に対する絞り部の上流圧力の比）を緩和することができる。

【0102】また、本発明のガス供給制御装置において、材料ガスをCVD装置に供給する場合には、CVD装置に供給される際の材料ガスを高速で移動させることが多く、このときは、材料ガスを音速流や亜音速流で絞り部を通過させるには好適な条件にあることから、上述した効果は大きなものとなる。

【図面の簡単な説明】

【図1】半導体製造のウェーハ処理工程における、CVD装置を使用した薄膜形成のラインの一部であって、本実施の形態のガス供給制御装置を備えたものを示した概略図である。

\* 【図2】ガス供給制御装置の一例を示した断面図である。

【図3】オリフィスの下流圧力に対するオリフィスの上流圧力の比が「限界値」以上にあれば、音速流でオリフィスを通過する材料ガスの流量は、オリフィスの下流圧力に影響されることなく、一定にあることを示した図である。

【図4】音速流でオリフィスを通過する材料ガスの流量は、オリフィスの上流圧力に対して直線性があることを示した図である。

【符号の説明】

20 下流圧力制御バルブ

21 上流圧力制御バルブ

30 CVD装置

33 オリフィス

34 上流圧力センサ

35 上流温度センサ

50 固体ソース

51 下流圧力センサ

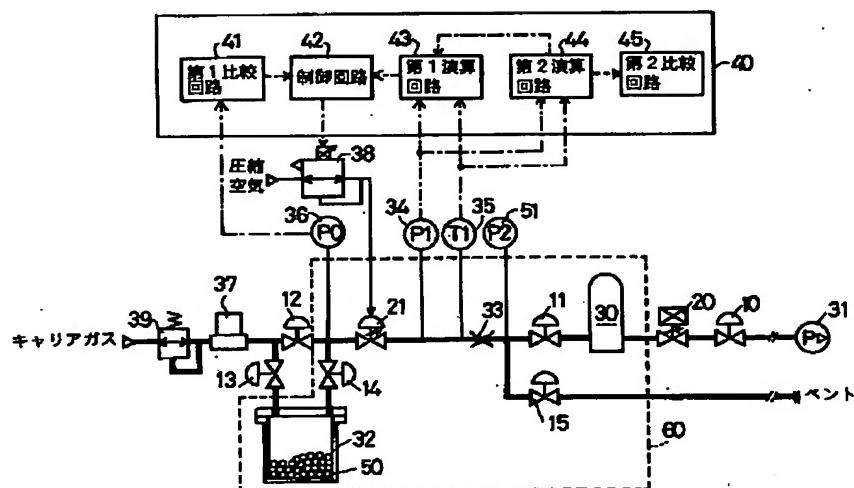
P1 オリフィスの上流圧力

P2 オリフィスの下流圧力

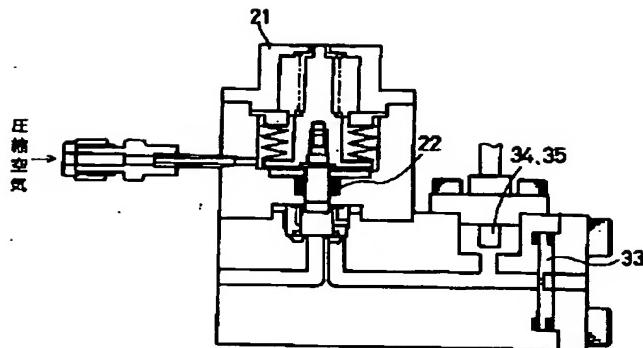
T1 オリフィスの上流温度

\*

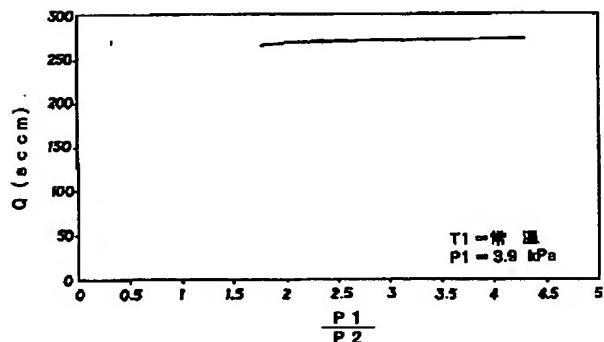
【図1】



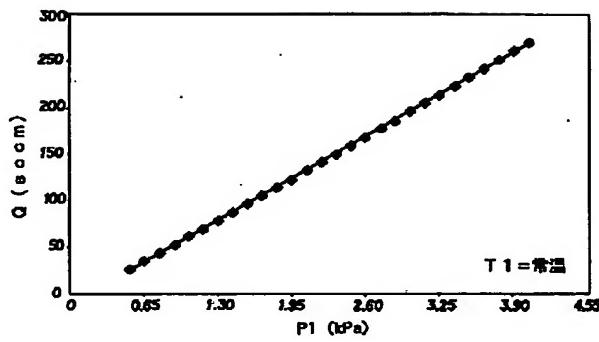
【図2】



【図3】



【図4】



フロントページの続き

(72)発明者 伊藤 稔  
東京都千代田区内神田3丁目6番3号 シ  
ーケーディ株式会社シーケーディ第二ビル  
内  
(72)発明者 奥村 勝弥  
神奈川県横浜市磯子区新杉田町8番 株式  
会社東芝横浜事業所内

(72)発明者 江口 和弘  
神奈川県横浜市磯子区新杉田町8番 株式  
会社東芝横浜事業所内  
F ターム(参考) 4G068 DA04 DB06 DB30 DC04 DC06  
4K030 CA04 CA12 EA01 JA05 KA39  
KA45 LA15  
5F045 AA06 EC07 EE02 EE04 EE12  
EE17 GB05 GB06 GB17  
5H307 AA20 BB01 DD08 EE02 EE08  
EE12 EE36 ES06 FF12 FF15  
GG03 GG11 HH04 JJ01